

LAMINATED FILM

Patent Number: JP59176330
Publication date: 1984-10-05
Inventor(s): KAWAKAMI KENICHI; others: 02
Applicant(s): TORAY KK
Requested Patent: ☐ JP59176330
Application Number: JP19830050439 19830328
Priority Number(s):
IPC Classification: C08J7/04; B32B9/00; B32B27/00; G11B5/70
EC Classification:
Equivalents: JP2646522B2

Abstract

PURPOSE: A laminated film excellent in both surface smoothness and easy slidability and suitable as a base for magnetic recording media, etc., prepared by laminating the surface of a base film layer with a continuous layer containing a fluorine compound so that the surface roughness may fall within a specified range.

CONSTITUTION: The purpose laminated film is prepared by providing at least one of the surfaces of a base film comprising polyethylene terephthalate or the like with a continuous layer comprising a fluorine compound or with a continuous layer comprising a mixture of a fluorine compound and a high-molecular solid (e.g., epoxy resin) by means of painting or the like so that the surface roughness (Ra) on the side of the continuous layer containing the fluorine compound may be 0.015-0.005 μ m. The fluorine compounds include, for example, tetrafluoroethylene wax and polychlorofluoroethylene. When the produced laminated film is used in a magnetic recording medium, a magnetic layer is further formed on its surface.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭59—176330

⑬ Int. Cl.³

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和59年(1984)10月5日

C 08 J 7/04

7446—4F

B 32 B 9/00

2121—4F

27/00

7112—4F

G 11 B 5/70

1 0 2

7350—5D

発明の数 1

審査請求 未請求

(全 9 頁)

⑮ 積層フィルム

大津市園山1丁目1番1号東レ
株式会社滋賀事業場内

⑯ 特 願 昭58—50439

⑰ 発 明 者 吉井俊哉

⑱ 出 願 昭58(1983)3月28日

大津市園山1丁目1番1号東レ
株式会社滋賀事業場内

⑲ 発 明 者 河上憲市

大津市園山1丁目1番1号東レ
株式会社滋賀事業場内

⑳ 出 願 人 東レ株式会社

東京都中央区日本橋室町2丁目
2番地

㉑ 発 明 者 前田宏治郎

明 細 書

1. 発明の名称 積層フィルム

2. 特許請求の範囲

(1) 基体フィルム層の少なくとも片面に、フッ素化合物を含む連続層が積層されてなる積層フィルムであり、フッ素系化合物が積層された側の表面の表面粗さ(Ra)が、0.015~0.005 μ であることを特徴とする積層フィルム。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、表面の平滑性と易滑性が共に優れた積層フィルムに関するものである。

(従来技術)

近年、磁気記録媒体ベース、コンデンサーベース、グラフィックベースおよび包装ベースなどの用途に、プラスチックフィルムの需要が急増している。それらの用途では共通して小型軽量化が要求され、同時に、精度が厳しくなっている。このことは、たとえば、磁気記録の分野では、ビデオレコーダーの小型化・軽量化や、ビデオテープの

長時間記録化、高密度記録化という技術革新の志向となつている。この志向に即して、磁気記録媒体は薄く、かつ高密度記録する必要がある。それを実現するためには、ベースフィルムと磁性層の厚みは共に薄く、かつ磁性層表面は平滑であることが望ましくなる。ところが、磁性層の厚みが薄くなるとベースフィルムの表面状態は磁性層表面の状態に影響を及ぼす度合が強まる。従つて磁性層表面を平滑にするにはベースフィルム表面の平滑性が必要となる。

一方、磁気記録媒体を製造する際にはベースフィルムの表面の滑り性が必要となる。このベースフィルムの滑り性は、磁気記録媒体となした後の使用時の走行性にも直結する。以上のように、ベースフィルムとしては平滑性と易滑性が共に優れた表面のものが待望されているが、元来、平滑性と易滑性は相反関係にあり、両特性を同時に満足できるフィルムはなかなか見当たらない。このような非常に平滑で、かつ非常に滑り性の良いフィルムを得るために従来から種々の検討がなされてき

た。たとえば、微細粒子を添加したフィルムや、易滑表面層と平滑表面層とからなる複合フィルム、さらに、架橋性シリコンやワックスを表面塗布した積層フィルムなどが知られ、磁気テープベースフィルムなどに使用されている。

しかし、かかる従来フィルムには、平滑性を満足せしめようとすれば易滑性が犠牲になり、逆に易滑性を満足せしめようとすれば、平滑性が犠牲になるという欠点がある。また、易滑層と平滑層とからなる複合フィルムでは、製品として巻いた後、易滑層の表面突起が平滑層側の表面に転写するため、せつかくの平滑層側の平滑性が損われてしまう欠点が付随する。

〔発明の目的〕

本発明の目的は、上記欠点を解消せしめ、平滑性と易滑性とが共に優れた積層フィルムを提供すること、加えて、易滑性の耐久性、耐摩耗性に優れた積層フィルムを提供するものである。

〔発明の構成〕

本発明は上記目的を達成するため、次の構成、

ポリブチレンテレフタレート、ポリヘキシレンテレフタレート、ポリエチレンビス- α 、 β -2-クロルフエノキシエタン-4,4'-ジカルボキシレートなどが代表例である。なお、ホモポリエステルでもコポリエステルでもよい。さらにポリエステルのうちでもポリエチレンテレフタレートは上記フィルム物性の総合バランスがよいことや、原料が容易に安く入手可能という理由で、最も好ましい。

なお、必要に応じて2種以上の樹脂の混合、たとえば、ポリエチレンテレフタレートにポリブチレンテレフタレートを10～90重量パーセント混合してもよい。また、基体フィルム層には、平均粒径が10 μ 、好ましくは5 μ 以上の粒子が含まれないことが望ましい。

基体フィルムの配向状態は特に限定されず、無配向、一軸配向、二軸配向のいずれでもよいが、機械的強度や寸法安定性や剛性の点で2軸配向状態のものが望ましい。

基体フィルムの表面粗さ(Ra)は、0.002～0.

すなわち、基体フィルム層の少なくとも片面に、フッ素系化合物を含む連続層が積層されてなる積層フィルムであり、フッ素系化合物が積層された側の表面の表面粗さ(Ra)が、0.015～0.005 μ である積層フィルムを特徴とするものである。

本発明における基体フィルムとは、フィルム状をしたものであれば特に限定されるものではなく熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂などから広く選択し得る。たとえばポリエステル、ポリオレフィン、セルロースアセテート、ポリ塩化ビニル、ポリイミド、ポリカーボン、ポリイミドアミド、ポリフエニレンスルフィドなどが挙げられる。溶融押出製膜が可能という理由からは、熱可塑性樹脂が好ましい。さらに、フィルムの機械的強度、剛性、寸法安定性、耐熱性などの物性を総合して良いという理由からポリエステルが好ましい。ポリエステルは、例えば、飽和線状ポリエステルを主体とするものが挙げられ、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレン2,6-ナフタリンジカルボキシレート、ポリエチレン-p-オキシベンゾエート、

050 μ 、好ましくは0.003～0.040 μ が望ましい。

また、基体フィルムの厚みは、3～100 μ 、好ましくは4～80 μ が望ましい。

本発明に用いられるフッ素系化合物は特に限定されるものではなく、含フッ素オリゴマ、含フッ素ポリマから選択される。含フッ素オリゴマとしては、フッ素油、テトラフルオロエチレンワックス、含フッ素アルコール、ペルフルオルアルキルヨードなどのフルオロオレフィンテロマーや、ペルフルオロポリエーテルやペルフルオロオレフィンオリゴマなどが代表例であり、その他、それらの酸塩、ベタイン、エチレンオキシド付加物、エステル、シリコンを化学結合させたものなどが挙げられる。また、含フッ素ポリマとしては、ポリテトラフルオロエチレン、ポリヘキサフルオロプロピレン、ポリトリクロロフルオロエチレン、ポリ塩化ビニリデン、フッ素化合物とシロキサン化合物の共重合体などが代表例である。

上記フッ素系化合物のうち、本発明に好ましい

のは、含フッ素オリゴマである。その理由は、含フッ素オリゴマは液状あるいは固体状でも均一微細化しやすいため、本発明フィルムとなした時のフィルムの平滑性が良くなり、また、含フッ素ポリマにくらべて、基体フィルムの樹脂との親和力・接着力を強くできるからである。同じく親和力、接着力の点で、含フッ素ポリマのうちでは、ポリ塩化ビニリデンやポリクロロフルオロエチレンのような有極性含フッ素ポリマの方が、ポリエトラフルオロエチレンのような無極性含フッ素ポリマよりも好ましい。

上記含フッ素オリゴマのうちで特に本発明に好ましいのは、炭素数が1~30のペルフルオロアルキル基を有する単量体もしくは重合体からなるものである。ペルフルオロアルキル基($-C_{nF_{2n+1}}$)の炭素数nの範囲は、1~30、好ましくは3~30、さらに好ましくは6~30にすると、ペルフルオロアルキルの末端 $-CF_3$ 基が整然とフィルム表面に配列され、その結果として、臨界面張力(表面自由エネルギー)の低い表面が形成され

る。また、炭素数nが30を越えると、単量体もしくは重合体としての粒子径が大きくなりすぎて積層フィルムとなした時の連続層側表面の平滑性が損われることがある。ここで述べているペルフルオロアルキル基を有する単量体もしくは重合体は、その分子構造式に、ペルフルオロアルキル基以外に、カルボキシル基、カルボニル基、アルデヒド基、アミノ基、イミノ基、スルホン基、アクリル基、メタクリル基などの官能基を一種以上有することが、基体フィルムとの親和力・接着力を増すためと、積層する時の分散媒(水や有機溶媒など)への相溶性を高めるための両方に有利であり、そのことは、本発明フィルムの積層界面の接着力を上げ、かつ、積層表面の平滑性を得る点に有利となる。

本発明では、以上に述べたフッ素系化合物を少なくとも1種類選択して用いればよいが、2種類以上を適当に組合せて用いても差支えない。

本発明のフッ素系化合物を含む連続層とは、上記のフッ素系化合物そのものの層、または、その

化合物と次に述べる高分子固体とが混合された層である。

なお、高分子固体を混合すると、本発明フィルムの易滑性の耐久性、耐摩耗性などが向上するのに役立つ。ここで言う「易滑性の耐久性が向上」とは、フィルムを長時間繰返し金属固定ガイドに走行させて摩擦させた後も滑り性が悪化(摩擦係数が大きくなる)しないことであり、「耐摩耗性が向上」とは、やはりフィルムを長時間繰返し摩擦させた後も、滑り性を付与させるに用いフッ素系化合物がフィルムから脱落しにくいということである。

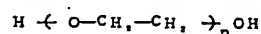
高分子固体の種類は特に限定されないが、フッ素系化合物とも基体フィルムとも親和力の良い熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂、反応性樹脂などの中から選ばれ、たとえば、ニカワ、カゼインなどの天然水溶性高分子、ポリビニルアルコール、メチルセルローズおよびセルローズ誘導体、尿紫樹脂やメラミン樹脂などの合成水溶性高分子、ポリエステルエーテルなどの水溶性ポリエステル、ポリ

エチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリアクリル酸エステル、ポリメタクリル酸エステルなどのポリエステル、ポリアクリロニトリル、ポリアミド、ポリビニルブチラール、ポリフッ化ビニル、ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン、ポリスチレン、ポリ酢酸ビニル、ポリブタジエン、ポリウレタン、ポリクロロブレン、フェノール樹脂、アルキッド樹脂、エポキシ樹脂、架橋性シリコーン樹脂など、および、以上の共重合体、および、それらの混合物である。その中でもフッ素化合物および基体フィルムとの親和力の点で、基体フィルムにポリエステルを用いる場合は、該高分子固体として、コポリエステルエーテルやエポキシ樹脂が好ましい。コポリエステルエーテルは、フィルムとなしたあと連続層側表面に磁性層(たとえば、強磁性金属薄膜)を設ける場合該磁性層と連続層との接着性が向上させる効果が大きく、また、エポキシ樹脂は滑り性の耐久性を向上させる効果が大きい。また、コポリエステルエーテルとしては以下の組成のものが有用である。

まず、酸成分としては、芳香族ジカルボン酸および非芳香族カルボン酸およびそれらのエステル形成性誘導体ジカルボン酸が挙げられ、それらの酸のうちで芳香族ジカルボン酸が全ジカルボン酸成分に対し60モル%以上占めることが好ましく、その範囲で数種のジカルボン酸を併用してもよい。具体的な酸成分の例は、芳香族ジカルボン酸としては、テレフタル酸、イソフタル酸、フタル酸、2,5-ジメチルテレフタル酸、1,4-ナフタレンジカルボン酸、2,6-ナフタレンジカルボン酸、ビフェニルジカルボン酸、1,2-ビス(フェノキシ)エタン-p, p'-ジカルボン酸およびそれらのエステル形成性誘導体ジカルボン酸があり、非芳香族ジカルボン酸としては、酢酸、マロン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、セバシン酸、1,2-シクロヘキサレンジカルボン酸、1,4-シクロヘキサレンジカルボン酸およびそれらのエステル形成性誘導体ジカルボン酸がある。

ここで言うエステル形成性誘導体ジカルボン酸としては、エステル形成性スルホン酸アルカリ金

属塩化合物が代表であり、たとえば、スルホテレフタル酸、5-スルホイソフタル酸、4-スルホフタル酸、4-スルホナフタレン-2,7-ジカルボン酸、2-スルホ-1,4-ビス(ヒドロキシエトキシ)ベンゼンなどのスルホン酸部分のアルカリ金属塩などがあり、5-スルホイソフタル酸、スルホテレフタル酸のナトリウム塩が好ましく使用される。次に、グリコール成分としては、脂肪族または脂環族グリコールが挙げられる。具体的なグリコール成分の例は、エチレングリコール、1,3-プロパンジオール、1,4-ブタンジオール、1,4-シクロヘキサレンジオール、1,6-ヘキサレンジオールなどが好ましいが、それらに、ジエチレングリコール、トリエチレングリコールなどのポリエチレングリコール：



(式中n=2~140の整数)を1~60重量%共重合させたものでもよい。

以上のコポリエステルエーテルのうちで最も親和力の点で好ましいのは、たとえば酸成分として

テレフタル酸80~99mol%と5-スルホイソフタル酸1~20mol%、グリコール成分としてエチレングリコール82~98mol%とジエチレングリコール2~18mol%からなるものである。

以上のような混合組成からなる連続層の組成物に占める、フッ素系化合物(A)と高分子固体(B)の混合重量比率A/Bは、0.005~5.0、好ましくは0.2~2.0である。A/Bが0.005未満、好ましくは0.2未満では、フィルムの連続層側の表面の易滑性が十分発現せず、一方、A/Bが5.0好ましくは2.0を越すと、高分子固体がフッ素系化合物を十分捕捉できないため、フィルムの連続層側の耐摩耗性が悪くなり、好ましくない。

本発明積層フィルムにおいては、フッ素系化合物を含む層は、連続層である必要がある。連続層とは、積層フィルムの任意の表面を顕微鏡倍率250倍で光学顕微鏡観察して、その一視野内において積層フィルムのフッ素化合物を含む層が連続になつているものである。

仮に、連続でなく不連続になつた場合、積層フ

イルムの平滑性に全く欠けるものになつてしまう。

本発明積層フィルムにおいては、フッ素系化合物を含む連続層側の表面粗さ(Ra)は、0.015~0.005μ、好ましくは、0.010~0.005μであることが必要である。Raが0.015μ、好ましくは0.010μを越えると該連続層側表面の平滑性が不足してしまう。一方、Raが0.005μより小さいと易滑性に欠けてしまう。

本発明積層フィルムにおいては、フッ素系化合物を含む連続層の厚みが0.001~0.5μ、好ましくは0.01~0.2μの時、平滑性と易滑性を両立するという本発明効果が顕著となる。連続層の厚みが0.001μ、好ましくは0.01μより薄いと、易滑性が不十分となりやすく、また、易滑性の耐久性も不十分となりやすいので良くない。

一方、連続層の厚みが0.5μ、好ましくは0.2μより厚いと、フッ素系化合物が連続層表層に配列しにくくなる結果、やはり、易滑性が不十分になりやすく、また、連続層の表面が粗くなりやすいので良くない。

本発明積層フィルムにおいては、フッ素系化合物を含む連続層側表面の臨界表面張力(γ_c)が35 dyne/cm 以下、好ましくは25 dyne/cm 以下のものが、易滑性が非常に良い結果となる。該臨界表面張力が35 dyne/cm、好ましくは25 dyne/cm を越えると易滑性が不足する。なお、該臨界表面張力の下限は特に限定されないが、フッ素系化合物のフッ素が選択的に連続層表面に配列される状態の時の値が6 dyne/cm と考えられているので、通常、下限は6 dyne/cm である。

本発明積層フィルムにおいては、フッ素系化合物を含む連続層の表層部は、ESCA法による測定値として、フッ素原子(F)と炭素原子(C)の個数比率(F/C)が、0.5~2.0、好ましくは0.7~1.5であることが望ましい。F/Cが2.0好ましくは1.5より大きいと、易滑性の耐久性や耐摩耗性および平滑性が好ましくなくなることがあり、また、F/Cが0.5、好ましくは0.7より小さいと、易滑性が発現しなくなることがあり、注意を要する。

は、後者の磁性層を設けるのが好ましい。

次に、本発明の積層フィルムおよび磁気記録媒体の製造方法の概要を述べる。ただし、これに限定されるものでない。

(1) 積層フィルムの製造方法：

先ず、本発明の基体フィルムは、たとえば、前述した熱可塑性樹脂を押出機によつて口金から熔融押し出し、シート状にキャストし、必要に応じて周知の方法で延伸して得る。延伸方法は特に限定されるものではないが、たとえば、同時2軸タテヨコ、タテヨコータテ、ヨコータテ、2段タテヨコ、2段タテヨコータテ、2段タテヨコ同時2軸などの延伸により2軸延伸されるのが望ましい。

次いで、基体フィルムの少なくとも片面に、フッ素系化合物を含む組成物からなる連続層を設ける。

連続層を設ける側は、片面のみの場合と両面ともの場合とがあるが、片面のみの場合には、用途によつてはその反対面も何らかの易滑処理を施さ

なお、本発明積層フィルムにおいては、連続層表面に、直径0.05~5 μ の範囲の半円球状粒子が $10^5 \sim 10^{12}$ 個/cm²、好ましくは $10^7 \sim 10^{10}$ 個/cm²形成されていることが、平滑性と易滑性の両立に有利となる。 10^5 個/cm²、好ましくは 10^7 個/cm²より少ないと易滑性に不足がちとなり、一方、 10^{12} 個/cm²、好ましくは 10^{10} 個/cm²より多いと、粗面すぎで平滑性が損われやすい。

本発明の積層フィルムの少なくとも片面に磁性層を設け、磁気記録媒体とするのが好ましい。

この磁性層とは、周知の磁性層で γ -Fe₂O₃、Coをドーブした γ -Fe₂O₃、CrO₂、あるいは強磁性合金といった粉末状磁性材料を有機バインダー中に分散させ塗布する方法によつて形成される磁性層、または、Fe、Co、Niその他強磁性金属あるいはそれらを含む磁性合金を、たとえば、真空蒸着、スパッタリング、イオンプレーティング、等気メッキ等の方法によつて形成される磁性層のいずれであつてもよいが、本発明の効果を有利に発揮せしめて磁気記録媒体の精度向上を図る点で

なければならないという必要が生じるので、好ましくは、両面ともに連続層を設けると、本発明の効果が一層発揮できる。連続層を設ける方法としては、

- ① 基体となる無延伸フィルムに、所定量に調製した前記組成物の溶液を塗布し、次いで逐次もしくは同時に2軸延伸し、乾燥せしめる方法。
- ② 基体となる無延伸フィルムを、あらかじめ一方向に延伸した後、所定量に調製した前記組成物の溶液を塗布し、次いで、最初の延伸方向と直交の方向に延伸し、乾燥せしめる方法。
- ③ 基体となるフィルムをあらかじめ2軸延伸しておき、次いで所定量に調製した溶液を塗布し、しかる後乾燥する方法。

などが好ましく適用できるが、安定性と生産性の点で②が最も好ましい。これらの方法は一般に基体フィルムの製膜工程の終了まで(すなわち巻き取りまで)行われるが、一旦、基体フィルム単膜

として巻き取つた後に、塗布—乾燥の工程を設ける方法でもよい。また、上記①、②、③の操作は基本操作であり、①、②、③の後に、たとえば再延伸などのプロセスが加わつてもかまわない。塗布に処する前記組成物の溶液は、水溶液あるいは水性ディスパージョン、水性エマルジョン、あるいは有機溶媒溶液の形で使用できるが、有機溶媒溶液の形は作業環境の安全面から避けるに越したことはない。

塗布方法としては、メーリングバー方式、リパス方式、エアナイフ方式などの公知の方法を用いることができる。なお、該溶液中に少量の界面活性剤（たとえば、ステアリルアルコールなどの高級脂肪族アルコール、ステアリル酸ブチルエステルなどの高級脂肪酸エステル、ラウリン酸などの高級脂肪酸、ステアリルアミドのような高級脂肪族アミド、オクチルアミンのような高級脂肪族アミン、ドデシルベンゼンスルホン酸ソーダ）や架橋モノマ（たとえば、シランカップリング剤）や公知の接着促進剤を加えることによつて、基体

フィルムや後加工で形成せしめる層との濡れ性・接着性が増す利点がある。なお、該溶液中には公知の添加剤たとえば帯電防止剤、熱安定剤、紫外線吸収剤などが本発明の効果を損わない量で添加されていてもよいことは勿論である。

こうして塗布—乾燥をもつてしてできる連続層の厚みは、溶液中の固型分濃度、塗布方法、製膜工程中のどこで塗布するかなどによりコントロールすることが可能である。また、塗布する前に基体フィルムの塗布すべき面にあらかじめコロナ放電処理などの公知の表面処理を施しておくことは基体フィルムと該連続層との界面の接着強度を高めるのに有用である。

次いで、得られた積層フィルムは、必要に応じて少なくとも片面をコロナ放電処理などの公知の表面処理を施して、後加工時の易接着性付加をしておき、巻き取る。

(2) 磁気記録媒体の製造方法：

上記積層フィルムの少なくとも片面、たとえば磁気テープにするためには片基、磁気ディスクに

するには好ましくは両面に、既述した磁性層を形成せしめて磁気記録媒体とする。片面にのみ磁性層を形成させる場合、積層フィルムがその片面のみが連続層となつているケースでは、連続層側あるいはその反対側のどちらに磁性層を形成せしめてもよいが、記録媒体としての滑り性や電磁変換特性を総合すれば連続層側に磁性層を形成せしめるのがより好ましい。最も好ましい組み合わせは、両面ともが連続層である両面積層フィルムの少なくとも片面に磁性層が設けられる構成のものである。すなわち、磁性層は連続層を介して設けられるのが最も好ましい。

（発明の効果、作用、用途）

本発明の積層フィルムは、上記したように、フッ素化合物を含む連続層が積層され、該連続層側表面の表面粗さが特定以下という特徴ゆえ、先ず平滑性と易滑性が両立するという効果がある。さらに、本発明積層フィルムは、易滑性の耐久性に優れ、また耐摩耗性に優れるという効果がある。さらに、表面粗さが小さいので、フィルムの透明

性がよい、という効果もある。さらにロールに巻き上げた時、巻き乱れ・スリ傷・突起の転写がないという効果がある。

上記の効果ゆえに、本発明積層フィルムは、磁気テープやフロッピーディスクなどの磁気記録媒体のベースフィルム、光学用ベースフィルム、コンデンサー用ベースフィルム、グラフィック用ベースフィルム、包装用ベースフィルム用に適しており、特に、最近小型軽量化が要請されているビデオテープレコーダー、磁気記録ディスク等の磁気記録媒体ベースや、蒸着タイプ箔巻コンデンサーベース用としての用途に好適である。さらに、特に、磁気記録媒体のうちでも、高密度化が要請されている、メタルテープ用や、蒸着またはスパッタリングによるテープ用やディスク用に適しており、さらに最も適しているのは、磁性層が薄くて走行性が重視される蒸着テープ用途である。

なお、磁気記録媒体とした場合は、本発明フィルムが平滑性と易滑性が両立しているので、従来公知の磁気記録媒体に比べて、電磁変換特性と走

行性が共に優れているという効果を得ることができる。とりわけ、磁気テープとした場合、近年問題となりつつある「高湿度下における走行性の悪化」がみられないという効果がある。

また、本発明積層フィルム両面ともが連続層の場合、磁気テープで走行性のために従来必要とされているバックコートが不要になるという効果もある。また蒸着ディスクで磁性面保護のため、従来必要とされているトップコートが不要になるという効果も期待できる。

上記の効果を有するので磁気記録媒体は、磁気テープ、磁気カード、磁気ディスクとして、電算機、オーディオ、ビデオ、計測用の各用途に用いることができ、特にビデオ用として用いるのが好ましい。

(測定・評価法)

本発明の各特性値の測定法と効果の評価基準を次にまとめて示す。

(1) 連続層の厚み d (μ):

連続層にセロハンテープを貼り、セロテープ端

部の連続層をジメチルホルムアミド等の溶剤で溶解除去する。次いでセロテープをはがし、セロテープで保護された面と、溶解除去した面との境界を小坂研究所製BT-10高精度段差測定器により測定し、厚みを求める。

上記方法で困難な場合は、日立製作所製透過型電子顕微鏡Hü-12型を用い、積層フィルムの超薄断面切片を観察し、厚みを求める。

(2) 表面粗さ、 $Ra(\mu)$:

触針式表面粗さ計による測定値を示す(カットオフ0.25mm, 測定値4mmでの値。但し、JIS-B-0601による)。

(3) 臨界面張力、 γ_c (dyne/cm):

ASTM-D-2578-67法によつて、20℃、65%雰囲気下にて測定した。

(4) ESCA法によるF/C:

国際電気株式会社製のESCAスペクトロメータES-200型を用い、フッ素1s(F_{1s})軌道スペクトルを測定し、各スペクトルの積分強度比を求め、個数比率F/Cに換算した。

(5) 表面の半円球状粒子の個数、 N (個/ cm^2):

連続層側表面にアルミニウム蒸着し、日本光学製微分干渉顕微鏡で写真倍率200倍で撮影し、さらに1000倍に拡大した後、20 cm^2 当りに存在する半球状粒子の突起の個数を目視で数え1 cm^2 当りに換算する。数える対象の大きさは、点で見えるもの(さらに拡大すると、これが0.05 μ に相当)から、直径5mmまでのものである。

(6) 易滑性、すなわち、 μ_s :

ASTM-D-1894-63により、フィルムの連続層側表面同士の静摩擦係数 μ_s を測つた。滑り性がよいのは、 μ_s が1.5以下、好ましくは1.0以下である。

(7) 易滑性の耐久性:

テープ状にしたフィルムの連続層側表面を金属(SUS)固定ガイド(5mm ϕ)に500回繰返し接触走行させた後、上記(6)の μ_s を測定した。走行される折の μ_s よりも0.1以内の差であれば耐久性は良く(○)、差が0.1を越えれば耐久性は悪い(×)と評価する。

(8) 耐摩耗性:

テープ状にしたフィルムの連続層側表面を金属(SUS)固定ガイド(5mm ϕ)に500回繰返し接触走行させた後、フィルム上に付着したスクラッチ量を観察し、その数の多少で次のごとく評価した。

スクラッチ量	耐摩耗性評価
非常に少ない	極めて良好(◎)
少ない	良好(○)
多い	不良(×)

(9) 高湿度下走行性、 μ_k :

25℃、85%RHの環境下で1/2インチ幅にスリットされたフィルムに100gの荷重をかけ、引き取り速度1cm/secで引張つた時の巻取り側テンションTを求め、次式により μ_k を算出した。

$$\mu_k = \frac{1}{\pi} \log \frac{1}{100}$$

なお、摩擦部材には5mm ϕ のSUSを用い、フィルムの巻き付け角度は180°にして連続

層側面が接触するようにして実施した。】
磁気テープ用として、 μk は 0.5 以下が好ましく、さらには 0.4 以下がより好ましい。

00 磁気テープの走行性：

7000 Hz の信号を記録させた試料磁気テープをテープレコーダに装填して、走行開始・停止を繰り返しながら 10 cm/sec の走行速度で走行させ、同時に出力を測定しながら走行時間が 100 時間になるまで試験した。その間を通じてテープがガイドローラに張り付いたりせずスムーズに走行し、かつ、100 時間後の出力低下が 2.0 dB 未満のものを「走行性良好」とし、それ以外は「走行性不良」と判定した。


01 電磁変換特性：

試料磁気記録媒体を再生した時の出力信号を一面面分でみた場合に、出力信号が強く、かつ信号波形がフラットであるものを「良好」、出力信号が弱いか信号波形が変形しているものを「不良」と判定した。

実施例 1

炭素化合物を含む層が連続層であることを確認した。また、該連続層の厚みは 0.020 μ m であった。なお、積層フィルムの全厚みは 15 μ m であった。この積層フィルムの評価結果を第 1 表に示した。なお、連続層と反対側の面の表面粗さは 0.0055 μ m であった。第 1 表の結果から、該積層フィルムは、平滑性及び易滑性が両立して優れ、かつ、易滑性の耐久性に優れ、かつ、耐摩耗性に優れ、かつ、高湿度下走行性に優れていることがわかった。

実施例 2

フッ素系化合物 (A) として $C_9F_{11}O$  SO_3Na なる炭素数 9 のペルフルオロアルキル基を有するものを用い、高分子固体 (B) として、次のコポリエステルエーテルを用いて混合し、塗布組成物の主成分とした。

すなわち、酸成分がテレフタル酸 85 モル%と 5-スルホイソフタル酸 15 モル%からなり、グリコール成分が、エチレングリコール 95 モル%とジエチレングリコール 5 モル%からなる固有粘度 0.57 のコポリエステルエーテルを用いた。

炭素数が 9 のペルフルオロアルキル基を含有する含フッ素オリゴマエマルジョン、「アサヒガード A0-710」(旭硝子株式会社製)を、固型分濃度で 2 重量%になるように水溶液として調製した。

一方、固有粘度 0.65 のポリエチレンテレフタレート (PET) を 290℃ で溶融押出し、静電印加しつつ 20℃ のキャストドラム上にキャストし、無延伸シートとした後、周速差をもたせた一對のロール間で 90℃ で長手方向に 3.3 倍延伸した。

この一軸延伸フィルムの片面に 170 W・分/m² のエネルギー量のコロナ放電処理を施し、その面に該フッ素エマルジョンの調製水溶液をメータリングバーを用いて塗布した後、テナ内で両端をクリップで把持して 95℃ で幅方向に 3.5 倍延伸し、同じくテナ内で、幅方向に 5% 弛緩させつつ 210℃ で 5 秒間熱処理して、完全に水分を除去した。

かくして得られた積層フィルムは、光学顕微鏡観察の結果、塗布した面側の層、すなわち、フッ

上記 A と B を、固型分重量比率 A/B=1/1 にして 85℃ 熱水に溶解せしめ、合計固型分濃度 2 重量%の水溶液を調製した。なお溶解に際し、対水溶液重量で 0.05 重量%のドデシルベンゼンスルホン酸ソーダを添加した。

実施例 1 と同じポリエチレンテレフタレートを実施例 1 と同様に一軸延伸した。その一軸延伸フィルムに、上記水溶液を実施例 1 と同様に塗布し、続いて、実施例 1 と同様に横延伸、熱処理して積層フィルムを得た。この積層フィルムを光学顕微鏡観察した結果、塗布した面側の層、すなわち、A と B の混合層が連続層であることを確認した。また、該連続層の厚みは、0.013 μ m であった。なお、積層フィルムの全厚みは 15 μ m であった。この積層フィルムの評価結果を第 1 表に示した。第 1 表の結果から、該積層フィルムは、平滑性及び易滑性が両立して優れ、かつ、易滑性の耐久性に優れ、かつ、耐摩耗性に優れ、かつ高湿度下走行性に優れていることがわかった。

実施例 3、4 および比較例 1、2

フッ素化合物の固型分濃度をそれぞれ0.05, 0.5, 4, 10各重量%とした以外は、実施例1と同様にして、積層フィルムを得た。全ての積層フィルムの塗布層は連続層になつていた。上記濃度の順にそれぞれを、比較例1, 実施例3, 実施例4, 比較例2とし、それら積層フィルムの評価結果を第2表に示した。第2表から、実施例3, 4が平滑性, 易滑性を両立して優らしめることがわかる。比較例3は易滑性に欠け、比較例4は平滑性に欠けることがわかる。

実施例5

実施例1において、塗布を両面に同時に同一条件で行なつた以外は、全ての条件を実施例1と同様にして、全厚み15 μ の両面積層フィルムを得た。該両面積層フィルム断面を光学顕微鏡観察した結果、片面(㊦面)も他の片面(㊧面)の両側層ともが連続層になつていた。それぞれの連続層の厚みは、㊦面側が0.021 μ 、㊧面側が0.023 μ であつた。各面の評価結果を第3表に示した。

第3表の結果から、該両面積層フィルムは、平

滑性と易滑性が両立して優れ、かつ、易滑性の耐久性に優れ、かつ高湿度下走行性に優れていることがわかる。次いで、㊦面に、磁性層としてCo-Ni合金を、厚さ1000 \AA になるように真空蒸着し、1/2インチ幅にスリットして所定の蒸着磁気テープとした。この磁気テープを評価した結果、磁気テープの走行性と電磁変換特性がともに「良好」であつた。

第 1 表

	連続層の厚み (μ)	表面粗さ (μ)	臨界面張力 (dyne/cm)	ESCA法 F/C	静摩擦係数 μ_s	易滑性の耐久性	耐摩耗性	高湿度下走行性 μ_k
実施例1	0.020	0.0061	16	1.24	0.51	○	◎	0.22
2	0.013	0.0059	18	0.79	0.68	○	◎	0.24

第 2 表

	フッ素化合物の固定分濃度 (重量%)	連続層の厚み (μ)	表面粗さ (μ)	静摩擦係数 μ_s	高湿度下走行性 μ_k
比較例1	0.05	0.0008	0.0045	>3	0.50
実施例3	0.5	0.0080	0.0060	0.8	0.25
4	4	0.0700	0.0020	0.5	0.20
比較例2	10	0.6000	0.0210	0.4	0.18

第 3 表

		連続層の厚み (μ)	表面粗さ (μ)	臨界面張力 (dyne/cm)	ESCA法 F/C	静摩擦係数 μ_s	易滑性の耐久性	耐摩耗性	高湿度下走行性 μ_k
実施例5	㊦面	0.021	0.0063	15	1.25	0.55	○	◎	0.21
	㊧面	0.023	0.0066	14	1.24	0.53	○	◎	0.20